

(19) 日本国特許庁(JP)

再公表特許(A1)

(11) 国際公開番号

W02018/097325

発行日 令和1年10月17日 (2019.10.17)

(43) 国際公開日 平成30年5月31日 (2018.5.31)

(51) Int.Cl.		F I	テーマコード (参考)	
<b>F O 4 B</b>	<b>37/04</b>	(2006.01)	F O 4 B 37/04	3 H O 7 6
<b>F O 4 B</b>	<b>37/02</b>	(2006.01)	F O 4 B 37/02	A 4 D O 1 2
<b>B O 1 J</b>	<b>3/00</b>	(2006.01)	B O 1 J 3/00	K 4 K O 2 9
<b>B O 1 J</b>	<b>3/03</b>	(2006.01)	B O 1 J 3/03	J
<b>B O 1 D</b>	<b>53/04</b>	(2006.01)	B O 1 D 53/04	

審査請求 未請求 予備審査請求 有 (全 24 頁) 最終頁に続く

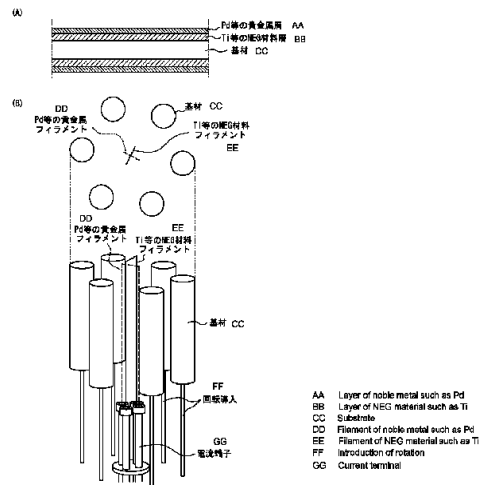
出願番号	特願2018-553025 (P2018-553025)	(71) 出願人	504151365 大学共同利用機関法人 高エネルギー加速器研究機構 茨城県つくば市大穂1番地1
(21) 国際出願番号	PCT/JP2017/042682	(74) 代理人	100147485 弁理士 杉村 憲司
(22) 国際出願日	平成29年11月28日 (2017.11.28)	(74) 代理人	230118913 弁護士 杉村 光嗣
(31) 優先権主張番号	特願2016-230510 (P2016-230510)	(74) 代理人	100181272 弁理士 神 絃一郎
(32) 優先日	平成28年11月28日 (2016.11.28)	(72) 発明者	間瀬 一彦 茨城県つくば市大穂1番地1 大学共同利用機関法人高エネルギー加速器研究機構内
(33) 優先権主張国・地域又は機関	日本国 (JP)		

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 非蒸発型ゲッタコーティング部品、容器、製法、装置

(57) 【要約】

炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が20モル%以下である非蒸発型ゲッタ材料層、及び/又は、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が20モル%以下である貴金属層を含むことを特徴とする、非蒸発型ゲッタコーティング部品及び容器。低圧力で非蒸発型ゲッタ材料及び/又は貴金属を蒸着法によりコーティングすることによって、非蒸発型ゲッタ材料層及び/又は貴金属層を形成する工程を含むことを特徴とする、非蒸発型ゲッタコーティング部品及び容器の製造方法。NEG材料フィラメント及び/又は貴金属フィラメント、電流端子を備えることを特徴とする、NEGコーティング部品及び容器の製造装置。



## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が 20 モル% 以下である非蒸発型ゲッタ材料層、及び / 又は、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が 20 モル% 以下である貴金属層を含むことを特徴とする、非蒸発型ゲッタコーティング部品。

## 【請求項 2】

真空容器の内面に、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が 20 モル% 以下である非蒸発型ゲッタ材料層、及び / 又は、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が 20 モル% 以下である貴金属層がコーティングされていることを特徴とする、非蒸発型ゲッタコーティング容器。

10

## 【請求項 3】

低圧力で基材に非蒸発型ゲッタ材料及び / 又は貴金属を蒸着法によりコーティングすることによって、非蒸発型ゲッタ材料層及び / 又は貴金属層を形成する工程を含むことを特徴とする、非蒸発型ゲッタコーティング部品の製造方法。

## 【請求項 4】

低圧力で真空容器の内面に非蒸発型ゲッタ材料及び / 又は貴金属を蒸着法によりコーティングすることによって、非蒸発型ゲッタ材料層及び / 又は貴金属層を形成する工程を含むことを特徴とする、非蒸発型ゲッタコーティング容器の製造方法。

## 【請求項 5】

基材、非蒸発型ゲッタ材料フィラメント及び / 又は貴金属フィラメント、電流端子を備えることを特徴とする、非蒸発型ゲッタコーティング部品の製造装置。

20

## 【請求項 6】

真空容器、非蒸発型ゲッタ材料フィラメント及び / 又は貴金属フィラメント、電流端子を備えることを特徴とする、非蒸発型ゲッタコーティング容器の製造装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【技術分野】

## 【0001】

本発明は、非蒸発型ゲッタ（以下、「NEG」ともいう。）コーティング部品及び容器、その製造方法及び製造装置に関する。

## 【背景技術】

30

## 【0002】

真空科学技術の分野において、エネルギー消費量が少なく、広い圧力範囲での排気を可能にする真空ポンプとして、非蒸発型ゲッタ（NEG）を備える NEG ポンプが注目されている。NEG ポンプは、真空中での加熱により NEG の表面を清浄化し、非蒸発型ゲッタポンプを接続した真空装置内部に残留する気体を吸着させることによって、真空装置からの排気を行う真空ポンプである。

## 【0003】

これまでに、真空容器の容器本体の内面に、NEG 材料、代表的には、チタン（Ti）、ジルコニウム（Zr）、バナジウム（V）、ハフニウム（Hf）、ニオブ（Nb）、タンタル（Ta）、及びこれらの合金（以下、「Ti 等の NEG 材料」ともいう。）、をコーティングすることにより、真空容器の内面全体を NEG ポンプにする研究が進められてきた（非特許文献 1 参照）。Ti 等の NEG 材料の中でも、特に Ti 及び Zr 及び Hf は、200 程度の比較的低温で活性化できることから好ましい。しかしながら、これらの NEG 材料は、排気と、活性化と、大気圧に戻す工程（これを「大気圧ベント」ともいう。）とを繰り返すと、排気能力（NEG 性能）が著しく低下するという問題があった（非特許文献 2）。そこで、近年では、このような NEG 性能の低下が生じにくいコーティングとして、Ti 等の NEG 材料をコーティングした上に Pd 等の貴金属（パラジウム（Pd）、金（Au）、銀（Ag）、白金（Pt）、ロジウム（Rh）、イリジウム（Ir）、ルテニウム（Ru）、オスミウム（Os）、及びこれらの合金）（以下、「Pd 等の貴金属」ともいう。）をコーティングすることが注目されてきている（非特許文献 3 参照）

40

50

。Pd等の貴金属の中でも特にPdは、水素分子を表面で水素原子に解離し、固体内部に水素原子を拡散させる機能を持つことから好ましい。また、Pd等の貴金属は触媒作用を備えるため、その表面が炭素、窒素、酸素等で汚染されても、微量の酸素を導入して加熱すれば、清浄な表面を再生することができ、このため、NEG性能の低下が生じにくい。また、Pd等の貴金属の表面には室温で水(H<sub>2</sub>O)が吸着しないので、H<sub>2</sub>Oを短時間で排気できるという利点もある。これらのNEG材料及びPd等の貴金属のコーティングには、従来的に、スパッタ法が用いられている(特許文献1参照)。

【先行技術文献】

【特許文献】

【0004】

【特許文献1】特許第4451498号公報

【非特許文献】

【0005】

【非特許文献1】C. Benvenuti et al., Vacuum 50 (1998) 57.

【非特許文献2】C. Benvenuti et al., Vacuum 60 (2001) 57.

【非特許文献3】C. Benvenuti et al., Vacuum 73 (2004) 139.

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

しかしながら、Ti等のNEG材料やPd等の貴金属の成膜にスパッタ法を用いる従来のNEGコーティング部品、NEGコーティング容器では、コストが高い、NEG材料層及び貴金属層が酸素等で汚染されやすい、内径が小さい(例えば、内径が10mm以下の)真空配管のコーティングが困難である、Ti等のNEG材料の活性化の温度が高くなる(例えば、Tiの場合は200以上)(非特許文献2参照)等という問題があった。

【0007】

そこで、本発明は、排気能力(NEG性能)の低下が生じにくく、より内径が小さい容器にも適用できて、NEG活性化温度がより低い、NEGコーティング部品及び容器、並びに該部品及び容器の製造方法及び製造装置を低コストで製造することを目的とする。

【課題を解決するための手段】

【0008】

本発明の要旨は以下の通りである。

本発明のNEGコーティング部品は、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が20モル%以下であるNEG材料層、及び/又は、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が20モル%以下である貴金属層を含むことを特徴とする。

また、本発明のNEGコーティング容器は、真空容器の内面に、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が20モル%以下であるNEG材料層、及び/又は、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が20モル%以下である貴金属層がコーティングされていることを特徴とする。

本発明のNEGコーティング部品の製造方法は、低圧力下で基材にNEG材料及び/又は貴金属を蒸着法によりコーティングすることによって、NEG材料層及び/又は貴金属層を形成する工程を含むことを特徴とする。

また、本発明のNEGコーティング容器の製造方法は、低圧力下で真空容器の内面にNEG材料及び/又は貴金属を蒸着法によりコーティングすることによって、NEG材料層及び/又は貴金属層を形成する工程を含むことを特徴とする。

本発明のNEGコーティング部品の製造装置は、基材、NEG材料フィラメント及び/又は貴金属フィラメント、電流端子を備えることを特徴とする。

また、本発明のNEGコーティング容器の製造装置は、真空容器、NEG材料フィラメ

10

20

30

40

50

ント及び/又は貴金属フィラメント、電流端子を備えることを特徴とする。

【発明の効果】

【0009】

本発明によれば、排気能力の低下が生じにくく、より内径が小さい容器にも適用できて、NEG活性化温度がより低い、NEGコーティング部品、NEGコーティング容器を低コストで製造することができる。

【図面の簡単な説明】

【0010】

【図1】(A)は、Ti等のNEG材料コーティング及びPd等の貴金属コーティングが施されている本発明に従うNEGコーティング部品の一部を示す断面図であり、(B)は、本発明に従うTi等のNEG材料コーティング及びPd等の貴金属コーティングが施されている部品の製造方法及び製造装置の概略を示す図である。(B)では、上図に上面図を示し、下図に斜視図を示す。

10

【図2】(A)は、本発明に従うTi等のNEGコーティング及びPd等の貴金属コーティング容器及びその製造装置の一部を示す模式的断面図であり、(B)は、本発明に従うTi等のNEGコーティング及びPd等の貴金属コーティング容器の製造方法及び製造装置の概略を示す図である。

【図3】実施例1、実施例2、比較例1の真空容器における排気曲線を示す図である。図中、縦軸は、真空容器内の圧力(Pa)を示し、横軸は、真空排気開始からの時刻(時間)を示す。

20

【図4】実施例1、実施例2、比較例1の真空容器において、 $4 \times 10^{-8}$  Pa程度まで圧力が下がった時点で排気系に繋がる真空バルブを閉じたときの圧力の経時的な変化を示す図である。図中、縦軸は、真空容器内の圧力(Pa)を示し、横軸は、真空バルブを閉じてからの時刻(時間)を示す。

【図5】炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が20モル%以下の場合の非蒸発型ゲッタ材料層、貴金属層を示す図である。

【図6】炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が1モル%以下の場合の非蒸発型ゲッタ材料層、貴金属層を示す図である。

【図7】本発明に従うTi等のNEGコーティング及びPd等の貴金属コーティング容器及びその製造装置の一部を示す模式的断面図である。

30

【図8】実施例3及び比較例2の成形ペローズの圧力の経時的な変化を測定する装置の一部を示す模式的断面図である。

【図9】実施例3及び比較例2の成形ペローズにおいて真空排気及びベークを行い、 $10^{-7}$  Pa ~  $10^{-8}$  Pa程度まで圧力が下がった時点で排気系に繋がるオールメタルバルブを閉じたときの圧力の経時的な変化を示す図である。図中、縦軸は、真空容器内の圧力(Pa)を示し、横軸は、真空バルブを閉じてからの時刻(分)を示す。

【発明を実施するための形態】

【0011】

以下、図面を参照して、本発明のNEGコーティング部品、NEGコーティング容器、並びに本発明のNEGコーティング部品、NEGコーティング容器の製造方法及び製造装置の実施形態について詳細に例示説明する。

40

【0012】

(NEGコーティング部品、NEGコーティング容器の製造方法)

本発明の実施形態(以下、「本実施形態」ともいう。)のNEGコーティング部品の製造方法は、低圧力下で基材にTi等のNEG材料を蒸着法によりコーティングすることによってTi等のNEG材料層を形成する工程を含む。そして、この製造方法は、基材にコーティングされたTi等のNEG材料層上に更にPd等の貴金属を真空蒸着法によりコーティングすることによってPd等の貴金属層を形成する工程を含んでもよい。

【0013】

図1(A)は、Ti等のNEG材料コーティング及びPd等の貴金属コーティングが施

50

されている本発明に従うNEGコーティング部品の一部を示す断面図であり、図1(B)は、本発明に従うTi等のNEG材料コーティング及びPd等の貴金属コーティングが施されている部品の製造方法及び製造装置の概略を示す図である。図1(B)では、上図に上面図を示し、下図に斜視図を示す。

#### 【0014】

蒸着法としては、酸素等の不純物を低減できる真空蒸着（特に、金属フィラメントを抵抗加熱する方式の真空蒸着）が好ましい。

抵抗加熱する方式の真空蒸着においては、コーティングする金属（Ti、Pd等）のフィラメントを $10^{-5}$  Pa程度以下の低圧力下で通電加熱することで金属を昇華させてよい。

10

#### 【0015】

真空蒸着によるNEGコーティング部品の製造方法では、例えば、 $10^{-5}$  Pa程度以下の低圧力下で、電流端子に接続した直線状のフィラメントの周りにその軸方向に沿うように基材を配置し、電流端子からフィラメントに電流を供給して、金属（Ti、Pd等）の真空蒸着を行ってよい（図1(B)参照）。フィラメント電流値は、フィラメント断線の回避や危険性の低減の観点から、10 A ~ 100 Aとしてよく、20 A ~ 50 Aであることが望ましい。

ここで、図1(B)に示すように、4端子を備える電流端子（例えば、キャノンアネルバ製の4ピン電流端子、定格電流値50 A）に、Ti等のNEG材料、Pd等の貴金属のフィラメント（例えば、ニラコ社製）を接続して、Ti等のNEG材料、Pd等の貴金属に通電を行って、基材にTi等のNEG材料層、Pd等の貴金属層を順に形成してもよい。

20

またここで、図1(B)に示すように、直線状のフィラメントの周りに複数個（例えば、図1(B)に示す6個）の基材を、好適には上面図においてフィラメントに関して点対称となるように配置し、基材をフィラメントの延在方向に沿うように基材に対して設けられる回転導入を中心に一定速度で回転させながら、Ti等のNEG材料層、Pd等の貴金属層を順に形成してもよい。かかる手法によれば、NEGコーティングを効率的かつ均一に行うことが可能となる。

また、ここで、Ti等のNEG材料フィラメントを複数種類用意して、Ti-Zr-V等のNEG合金によるNEG材料層を形成してもよい。また、ここでPd等の貴金属フィラメントを複数種類用意して、Pd-Ag等の貴金属合金による貴金属層を形成してもよい。

30

#### 【0016】

基材の形状やサイズとしては、特に限定されない。基材の材料としては、特に限定されないが、ステンレス（例えば、SUS304、SUS304L、SUS316、SUS316L等）、無酸素銅、銅合金、チタン、チタン合金、アルミ合金等が挙げられる。

フィラメントの直径としては、特に限定されないが、0.5 mm ~ 1.5 mmとしてよい。フィラメントの長さとしては、特に限定されないが、10 mm ~ 4000 mmとしてよい。なお、フィラメント加熱によりフィラメントが曲がることを防ぐためにフィラメント先端部を支える絶縁材料製の支えを設置してもよい。また、Ti等のNEG材料がPd等の貴金属フィラメントに蒸着することを防ぐ遮蔽板、Pd等の貴金属がTi等のNEG材料フィラメントに蒸着することを防ぐ遮蔽板を適宜設置してもよい。

40

加熱温度としては、金属種に応じて適宜定められてよく、コーティングを行う金属種の蒸気の圧力が $10^{-2}$  Pa ~  $10^{-4}$  Pa程度になる温度が望ましい。例えば、Tiについて1300 ~ 1600、Pdについて1000 ~ 1200としてよい。

真空蒸着を行う際の容器の圧力としては、真空蒸着を行う温度での金属種の蒸気の圧力の $1/100$ 程度以下の圧力であることが望ましい。例えば、Tiの蒸気の圧力が $10^{-4}$  Pa程度になる温度で昇華する場合は、真空容器の圧力は $10^{-6}$  Pa程度以下にすることが望ましい。この条件でコーティングを行えば、Tiコーティング中の残留ガスに由来する不純物は1モル%程度以下に抑えられると期待されるためである。

50

## 【0017】

なお、本実施形態において、基材にNEG材料を用いる場合はTi等のNEG材料層を形成することなく、NEG材料基材にPd等の貴金属層を形成してもよい。

## 【0018】

本実施形態のNEGコーティング容器の製造方法は、低圧力下で真空容器の内面にTi等のNEG材料を真空蒸着法によりコーティングすることによってTi等のNEG材料層を形成する工程を含む。そして、この製造方法は、真空容器の内面にコーティングされたTi等のNEG材料層上に更にPd等の貴金属を真空蒸着法によりコーティングすることによってPd等の貴金属層を形成する工程を含んでもよい。

## 【0019】

図2(A)は、本発明に従うTi等のNEGコーティング及びPd等の貴金属コーティング容器及びその製造装置の一部を示す模式的断面図であり、図2(B)は、本発明に従うTi等のNEGコーティング及びPd等の貴金属コーティング容器の製造方法及び製造装置の概略を示す図である。

図7は、本発明に従うTi等のNEGコーティング及びPd等の貴金属コーティング容器及びその製造装置の一部を示す模式的断面図である。

## 【0020】

真空蒸着法としては、ある程度広い面積にある程度均一に蒸着が行えることから、Ti等のNEG材料フィラメント及びPd等の貴金属フィラメントの抵抗加熱が好ましい。

真空蒸着によるNEGコーティング容器の製造方法では、例えば、低圧力条件下で、電流端子に接続した直線状のフィラメントを容器の内部の中心に配置し、電流端子からフィラメントに通電を行って、金属(Ti、Pd等)の蒸着を行ってよい(図2(B)参照)。フィラメント電流値は10A~100Aとしてよく、20A~50Aであることが望ましい。

また、ここで、中空型回転導入を設置して、一定速度でTi等のNEG材料フィラメント及び/又はPd等の貴金属フィラメントを電流導入ごと回転させながら、金属(Ti、Pd等)の蒸着を行ってもよい。このとき、回転は一方向としてもよいが、配線の捻れを防ぐ意味で一方向とそれとは反対方向との組み合わせとしてもよい。かかる手法によれば、NEGコーティングを広い面積にかつ均一に行うことが可能となる。

このとき、Ti等のNEG材料フィラメントを複数種類用意して、Ti-Zr-V等のNEG合金によるNEG材料層を形成してもよい。また、ここでPd等の貴金属フィラメントを複数種類用意して、Pd-Ag等の貴金属合金による貴金属層を形成してもよい。

## 【0021】

真空容器の形状やサイズとしては、Ti、Pd等のフィラメントを設置できる限り、特に限定されない。真空容器の材料としては、特に限定されないが、ステンレス(例えば、SUS304、SUS304L、SUS316、SUS316L等)、無酸素銅、銅合金、チタン、チタン合金、アルミ合金等が挙げられる。なお、真空容器の内面は、電解研磨あるいは化学研磨されていることが好ましい。

その他の真空蒸着の諸条件については、本実施形態のNEGコーティング部品の製造方法の場合と同様としてよい(図2(B)参照)。

## 【0022】

スパッタ法等を用いる従来の製造方法により製造されるNEGコーティング部品、NEGコーティング容器では、アルゴン等の希ガスイオンと基材との反応等により生成する水や酸素等の副生成物等のためにTi等のNEG材料層の内部及び表面にチタン化合物(酸化チタン等)が形成され、Ti等のNEG材料層の表面における水素の解離及びTi等のNEG材料内部における水素の吸蔵が生じにくくなる可能性がある。その結果、NEGの活性化温度が高くなる可能性がある。また、従来では、スパッタ法で使用されるアルゴン等の希ガスイオンと基材との反応等により生成する水や酸素等の副生成物のためにPd等の貴金属層の内部及び表面に酸化物が生成する場合もあり、Pd等の貴金属の表面における水素の解離能及びPd等の貴金属内部における水素の透過能が低下するおそれがある。

10

20

30

40

50

その結果、NEGの活性化温度が高くなる可能性がある。

また、スパッタ法等を用いる従来の製造方法により製造されるNEGコーティング容器の形状は、プラズマを生成するのに必要な空間を有するもの（例えば、内径10mm以上のもの）に制限されている。

本実施形態の製造方法を用いて製造されるNEGコーティング部品、NEGコーティング容器は、酸素、炭素、窒素等の不純物を所定量以下でしか含まないTi等のNEG材料層を含むものであるため、Ti等のNEG材料表面の水素解離能とTi等のNEG材料内部の水素吸蔵能とが生じやすくなる。そのため、本実施形態によれば、Ti等のNEG材料の活性化温度を下げるとともに排気能力の低下が生じにくいNEGコーティング部品及びNEGコーティング容器を低コストで製造することができる。

10

そして、本実施形態では、スパッタ法におけるようなプラズマの使用がなく、得られるNEGコーティング部品、NEGコーティング容器は、酸素、炭素、窒素等の副生成物の含有が少ないPd等の貴金属層を含むものとなるため、Pd等の貴金属表面の水素解離能とPd等の貴金属内部の水素透過能との低下も抑制することができる。そのため、本実施形態によれば、排気と活性化と大気圧ベントとを繰り返しても排気能力の低下が生じにくいNEGコーティング部品、NEGコーティング容器を低コストで製造することができる。

また、本実施形態のNEGコーティング部品、NEGコーティング容器の製造方法は、製造においてプラズマ発生装置等の大規模な装置を要しないため、コストの低減を実現することが可能である。

20

さらに、本実施形態のNEGコーティング容器の製造方法は、プラズマを使用しないため内径が金属フィラメントの外径より2mm程度大きい形状の容器まで適用することができる。

#### 【0023】

図1(B)に示すNEGコーティング部品の製造方法における、基材、Ti等のNEG材料フィラメント及びPd等の貴金属フィラメント、電流端子、回転導入等の各要素は、本実施形態において、NEGコーティング部品の製造装置を構成してよい。

同様に、図2(B)に示すNEGコーティング容器の製造方法における、真空容器、Ti等のNEG材料フィラメント及びPd等の貴金属フィラメント、電流端子、回転導入等の各要素は、本実施形態において、NEGコーティング容器の製造装置を構成してよい。

30

#### 【0024】

本実施形態のNEGコーティング部品は、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が20モル%以下であるTi等のNEG材料層を含む。本実施形態のNEGコーティングは、Ti等のNEG材料層の上に、任意選択的に、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が20モル%以下であるPd等の貴金属層を含んでいてもよい。なお、本実施形態のNEGコーティング部品は、基材としてNEG材料を用いる場合は、Ti等のNEG材料層を含まなくてもよい。

上記炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計は、本発明の効果を高める観点から、16モル%以下であることが好ましく、13モル%以下であることが更に好ましく、10モル%以下であることがより好ましい。下限としては、特に限定されないが、0.0001モル%以上、0.01モル%以上、0.1モル%以上としてよい。

40

#### 【0025】

Ti等のNEG材料層の厚さは、10 $\mu$ m~0.01 $\mu$ mとしてよく、2 $\mu$ m~0.1 $\mu$ mが好ましく、実用的には1 $\mu$ mであってよい。

Pd等の貴金属層の厚さは、1000nm~3nmとしてよく、100nm~1nmが好ましく、実用的には10nmであってよい。

なお、上記厚さは平均厚さとしてよい。

Ti等のNEG材料層は、基材の少なくとも一部、可能な限り広範囲に形成されていればよく、全面に形成されていることが好ましい。Pd等の貴金属層は、Ti等のNEG材料層の少なくとも一部、可能な限り広範囲に形成されていればよく、全面に形成されてい

50

ることが好ましい。

その他のNEGコーティング部品の詳細については、本実施形態のNEGコーティング部材の製造方法に記載のとおりとしてよい。

【0026】

本実施形態のNEGコーティング容器は、真空容器の内面に、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が20モル%以下であるTi等のNEG材料層の上に、任意選択的に、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が20モル%以下であるPd等の貴金属層が、更にコーティングされたものとしてすることができる。ここで、真空排気後の真空容器内の圧力の時間変化、真空容器を200程度で加熱してNEGを活性化した後の真空容器内の圧力の時間変化、真空バルブを閉めた後の真空容器内の圧力の時間変化を測定することができる。

10

上記炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計は、本発明の効果を高める観点から、16モル%以下であることが好ましく、13モル%以下であることが更に好ましく、10モル%以下であることがより好ましい。下限としては、特に限定されないが、0.0001モル%以上、0.01モル%以上、0.1モル%以上としてよい。

【0027】

NEGコーティング容器の詳細については、本実施形態のNEGコーティング容器の製造方法に記載のとおりとしてよい。

【0028】

本実施形態のNEGコーティング部品やNEGコーティング容器は、前述のとおり、Ti等のNEG材料層の水素解離能及び水素吸蔵能が生じやすく、また、Pd等の貴金属層の水素解離能及び水素透過能の低下も抑制することができ、排気と活性化と大気圧ベントとを繰り返すことがあったとしても、排気能力の低下が生じにくい。また、本実施形態のNEGや真空装置は、前述のとおり、低コストで製造することが可能である。

20

【0029】

ここで、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計を20モル%以下である非蒸発型ゲッタにおいて、本願所望の効果が得られることについて説明する。

図5に、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が20モル%以下の場合の非蒸発型ゲッタ材料層、貴金属層を示す。大きな白抜きの丸印は非蒸発型ゲッタ金属原子あるいは貴金属原子を表す。また、小さな斜線の丸印は炭素原子あるいは窒素原子あるいは酸素原子を表す。炭素原子、窒素原子、酸素原子の影響が少ない非蒸発型ゲッタ金属原子あるいは貴金属原子の空隙はバツ印で表す。水素原子は当該空隙を通して非蒸発型ゲッタ層あるいは貴金属層に拡散するところ、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が20モル%以下の場合、非蒸発型ゲッタ金属原子あるいは貴金属原子4個あたりに空隙が少なくとも4個あることとなるので、水素を吸蔵する能力が高い非蒸発型ゲッタ材料を実現することができる。

30

【0030】

また、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計を1モル%以下である非蒸発型ゲッタにおいて、本願所望の効果が特に高まることについて説明する。

図6に、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が1モル%以下の場合の非蒸発型ゲッタ材料層、貴金属層を示す。大きな白抜きの丸印は非蒸発型ゲッタ金属原子あるいは貴金属原子を表す。また、小さな斜線の丸印は炭素原子あるいは窒素原子あるいは酸素原子を表す。炭素原子、窒素原子、酸素原子の影響が少ない非蒸発型ゲッタ金属原子あるいは貴金属原子の空隙はバツ印で表す。水素原子は当該空隙を通して非蒸発型ゲッタ層あるいは貴金属層を拡散するところ、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が1モル%以下の場合、水素原子が通過できる空隙が極めて多いので、水素を吸蔵する能力が極めて高い非蒸発型ゲッタ材料を実現することができる。

40

【0031】

なお、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計を25モル%以下である非蒸発型ゲッタにおいても、非蒸発型ゲッタ金属原子あるいは貴金属原子3個あたりに空隙が少な

50



くとも2個あることとなることから、本願所望の効果が得られる可能性がある。

#### 【0032】

ここで、本実施形態のNEGコーティング装置の一例について例示説明する。

本実施形態の一例では、NEGコーティング装置には、ターボ分子ポンプや油回転ポンプ等から構成され、真空バルブを備える排気系、内面にNEGコーティングが施される真空容器、真空計、Ti等のNEG材料及びPd等の貴金属の金属蒸着源が取り付けられる。真空バルブの外周には真空バルブを150程度で均一に加熱することが可能なヒータが設置されている。ターボ分子ポンプの吸気部の外周にはターボ分子ポンプの吸気部を80程度で均一に加熱することが可能なヒータが設置されている。また、NEGコーティングを行う真空容器の外周面には、真空容器を200程度で均一に加熱することが可能なヒータが設置されている。ヒータとしては、シースヒータを真空容器の外周に均一に設置してもよい。

10

上述の本実施形態のNEGコーティング装置を用いて、NEGコーティングを行うことによって、本実施形態のNEGコーティング容器を製造することができる。

#### 【0033】

本実施形態のNEGコーティング装置は、真空容器の内面の広い面積に短時間で均一にTi等のNEG材料層コーティング、Pd等の貴金属層コーティングを行うことができる。この非蒸発型ゲッタコーティングでは、Ti等のNEG材料層の水素解離能及び水素吸蔵能が生じやすく、また、Pd等の貴金属層の水素解離能及び水素透過能の低下も抑制することができる。また、本実施形態のNEGコーティング装置は、低コストでNEGコーティングを行うことが可能である。

20

#### 【実施例】

#### 【0034】

以下、実施例により本発明を更に詳細に説明するが、本発明は下記の実施例に何ら限定されるものではない。

#### 【0035】

##### (実施例1)

図2に示す構成を備える真空装置を組み立てた。具体的には、下記の手順に従った。

外径165mm、内径158.4mm、長さ426mmの円筒形状のSUS304L製の内面を電解研磨した容器を用意し、下部の外径152mmのコンフラットフランジに、VAT社製の超高真空仕様パタフライバルブ、エドワーズ社製の300リッター/秒の排気速度を持つ磁気浮上型ターボ分子ポンプ、50リッター/秒の排気速度を持つターボ分子ポンプ、フォアライントラップ、アイソレーションバルブ、油回転ポンプ等を備える排気系を、側部の外径70mmのコンフラットフランジに、L字管を介して真空計を取り付けた。Ti蒸着源として、キヤノンアネルバ製のタイバックポンプを、両側部の外径70mmのコンフラットフランジに1台ずつ設置した。Ti蒸着源からは真空計が見えないため、真空計及び真空計周辺の真空配管内壁にはTiは蒸着されない。また、容器の外周面にはシースヒータを均一に設置した。

30

真空装置を真空排気、ベークして、真空容器の圧力が $5 \times 10^{-8}$  Paに達してから、タイバックポンプを作動して、平均Ti蒸着レート0.05nm/秒で、真空容器の内面にTiの蒸着を6時間行った。Ti蒸着中の真空容器の圧力は $7 \times 10^{-6}$  Paであった。Ti層は容器の内面のほぼ全面に形成され、Ti層の平均厚さは、約1.1 $\mu$ mであった。

40

Ti層におけるTiに対する酸素、炭素、窒素(O、C、N)の割合(Ti層の成分を化学式 $TiC_xO_yN_z$ であらわした時の $(X+Y+Z)$ )は、(Ti蒸着中の真空容器のC、O、Nを含む残留気体の入射レート $\times$ 吸着確率)/(平均Ti蒸着レート)から見積もることができる。残留気体の圧力 $1 \times 10^{-4}$  Paがおおよそ残留気体の入射レート0.3nm/秒に対応すること、残留ガスの80%以上は水素(H<sub>2</sub>)であると推定されること、Ti表面の場合吸着確率は1程度であることから、Ti層に含まれるC、O、Nの割合は9モル%程度以下と示唆された。真空蒸着法の場合、Ti蒸着中の真空容器の残

50

留気体の圧力を  $1 \times 10^{-7}$  Pa 以下にすることは容易であるので、Ti 層に含まれる C、O、N の割合を 1 モル % 程度以下にすることは容易である。

【0036】

(実施例 2)

実施例 1 において、Ti 蒸着後にいったん乾燥窒素で大気圧ベントし、片方の Ti 蒸着源をフィラメント式の Pd 蒸着源に交換し (図 2 (B) 参照)、Ti 層の上に、Pd コーティングを行った。

真空容器の内面に Ti 層が形成されている真空装置を、真空排気、ベークして、真空容器の圧力が  $7 \times 10^{-8}$  Pa に達してから、Pd 蒸着源を作動して、平均 Pd 蒸着レート  $0.01$  nm/秒で、真空容器の内面の Ti 層上に Pd の蒸着を 1000 秒行った。Pd 蒸着中の真空容器の圧力は  $2 \times 10^{-4}$  Pa であった。Pd 層は容器の内面の Ti 層上のほぼ全面に形成され、Pd 層の平均厚さは、約 10 nm であった。

Pd 層における Pd に対する酸素、炭素、窒素 (O、C、N) の割合 (Pd 層の成分を化学式  $PdC_xO_yN_z$  であらわした時の  $(X + Y + Z)$ ) は、(Pd 蒸着中の真空容器の C、O、N を含む残留気体の入射レート  $\times$  吸着確率) / (平均 Pd 蒸着レート) から見積もることができる。Pd 蒸着中の真空容器の圧力は  $2 \times 10^{-4}$  Pa であること、残留気体の圧力  $1 \times 10^{-4}$  Pa がおよそ残留気体の吸着レート  $0.3$  nm/秒に対応すること、残留ガスの 80% 以上は水素 ( $H_2$ ) であると推定されること、Pd 表面の場合吸着確率は  $0.001$  以下と推定されることから、Pd 層に含まれる C、O、N の割合は 12 モル % 程度以下と示唆された。真空蒸着法の場合、Pd 蒸着中の真空容器の圧力を  $1 \times 10^{-5}$  Pa 以下にすることは容易であるので、Pd 層に含まれる C、O、N の割合を 1

【0037】

(比較例 1)

一方、Ti や Pd のコーティングを行う前の真空容器を比較例 1 とした。

【0038】

Ti や Pd のコーティングの効果を評価するために、真空容器の内面に Ti コーティングを行う前のもの (比較例 1) と、真空容器の内面に Ti コーティングを行った後のもの (実施例 1) と、真空容器の内面に Ti コーティングを行った上に更に Pd コーティングを行った後のもの (実施例 2) との間で、真空排気曲線を測定して比較した。

【0039】

図 3 に、実施例 1、実施例 2、比較例 1 の真空容器における排気曲線を示す。図中、縦軸は、真空容器内の圧力 (Pa) を示し、横軸は、真空排気開始からの時刻 (時間) を示す。

排気を開始した時点をも 0 時間とした。0 時間において、容器の内部は乾燥窒素で満たされ大気圧であった。排気開始 2 時間後から 8 時間後までの間、真空容器を最高温度 185 に加熱した (この工程を「ベーク」という。)。温度は、ベーク前に 20、ベーク開始から 1 時間後は 130、2 時間後は 157、3 時間後は 173、4 時間後は 180、5 時間後は 183、6 時間後は 185 (ベーク終了)、ベーク終了から 1 時間後は 92、2 時間後は 62、3 時間後は 47、4 時間後は 38、5 時間後は 32、であった。排気開始後 5 時間までは、Ti コーティングを行った実施例 1 及び Ti 及び Pd コーティングを行った実施例 2 の方が、Ti コーティングを行わなかった比較例 1 の場合よりも圧力が高い。この結果は、Ti コーティング及び Ti 及び Pd コーティングが大気圧において吸蔵した気体を放出しているためと考えられる。Ti コーティングを行った実施例 1 及び Ti 上に Pd コーティングを行った実施例 2 では、ベーク直後に Ti コーティングを行わなかった比較例 1 の場合よりも低い  $1 \times 10^{-5}$  Pa 程度の比較的低下に達した。そして、 $1 \times 10^{-7}$  Pa まで排気するのに要した時間は、Ti コーティングを行った実施例 1 の場合には約 10 時間であり、Ti 及び Pd コーティングを行った実施例 2 の場合には約 9 時間 30 分であったに対して、Ti コーティングを行わなかった比較例 1 の場合には約 11 時間であったことから、大気圧から  $1 \times 10^{-7}$  Pa の圧力まで

の排気に要する時間が、実施例 1 では約 1 時間、実施例 2 では 1 時間 30 分、短縮される結果が得られた（図 3 参照）。この結果は、Ti コーティング及び Ti 及び Pd コーティングが、ベーク後残留ガスを排気している（NEG 性能を発揮している）ことを示している。

#### 【0040】

図 4 に、実施例 1、実施例 2、比較例 1 の真空容器において、 $4 \times 10^{-8}$  Pa 程度まで圧力が下がった時点で排気系に繋がる真空バルブを閉じたときの圧力の経時的な変化を示す。図中、縦軸は、真空容器内の圧力（Pa）を示し、横軸は、真空バルブを閉じてからの時刻（時間）を示す。

バルブを閉じた時点をも 0 時間とした。実施例 1 の場合には、真空バルブ閉直後は、真空バルブからの脱ガスにより、圧力が  $1 \times 10^{-6}$  Pa 程度まで悪化したものの、すぐに圧力が低下して、5 時間後には  $2 \times 10^{-7}$  Pa 程度まで低下した。

また、実施例 2 で、乾燥窒素で大気圧ベント、再排気、再ベークの工程を行ってから使用した場合には、真空バルブ閉直後は、真空バルブからの脱ガスにより、圧力が  $4 \times 10^{-3}$  Pa 程度まで悪化したものの、すぐに圧力が低下して、1 時間後には  $4 \times 10^{-6}$  Pa 程度まで、5 時間後には  $1 \times 10^{-6}$  Pa 程度まで低下した。なお、排気開始直後には、バタフライバルブを閉める操作に伴い、バタフライバルブから NEG コートが剥がれる現象等により、バタフライバルブからの脱ガスが生じていたと考えられる。

実施例 1、2 に対して、比較例 1 の場合には、圧力が徐々に悪化し、バルブを閉じてから 4 時間 30 分後には  $1 \times 10^{-4}$  Pa 程度にまで悪化した。

この結果は、容器の内面に真空蒸着した Ti 層、Ti 層及びその上に真空蒸着した Pd 層が、最高温度 185℃、6 時間のベークにより活性化して、残留ガスの排気を行っている（NEG 性能を発揮している）ことを示している。一方、Ti コーティングを行っていない SUS 304L 製の真空容器は NEG 作用を示さず、真空バルブを閉じた後は真空容器内に真空ポンプがないため、真空容器の内壁からの脱ガスにより圧力上昇が起きたと考えられる。

#### 【0041】

さらに、実施例 2 で、前述の使用後に複数回、大気圧ベント、再排気、再ベークの工程を行ってから使用した場合についても、真空バルブを閉じたときの圧力の経時的な変化を測定した（図 4 参照）。

実施例 2 で、乾燥窒素で大気圧ベント、再排気、再ベークの工程を 2 回繰り返してから使用した場合には、真空バルブ閉から 5 時間後には  $6 \times 10^{-7}$  Pa 程度まで低下した。また、実施例 2 で、乾燥窒素で大気圧ベント、再排気、再ベークの工程を 2 回繰り返し、さらに乾燥空気で大気圧ベント、再排気、再ベークの工程を行ってから使用した場合には、真空バルブ閉から 5 時間後には  $7 \times 10^{-7}$  Pa 程度まで低下した。また、実施例 2 で、乾燥窒素で大気圧ベント、再排気、再ベークの工程を 2 回繰り返し、さらに乾燥空気で大気圧ベント、再排気、再ベークの工程を 2 回繰り返してから使用した場合には、真空バルブ閉から 5 時間後には  $2 \times 10^{-6}$  Pa 程度まで低下した（図 4 参照）。以上の結果は、Ti 層の上に Pd 層を形成した NEG コーティング容器では、大気圧ベント、再排気、再ベークの工程を 4 回繰り返しても NEG 性能はそれほど低下しないことを示している。

#### 【0042】

実施例 2 で、大気圧ベント、再排気、再ベークの工程を 4 回繰り返した場合でも、排気開始後 7 時間程度までは、Ti 及び Pd コーティングを行った実施例 2 の方が、Ti コーティングを行わなかった比較例 1 の場合よりも圧力が高い（図 3 参照）。この結果は、Ti 及び Pd 層が大気圧において吸蔵した気体を放出しているためと考えられる。この結果も、大気圧ベント、再排気、再ベークの工程を 4 回繰り返しても NEG 性能はそれほど低下しないことを示している。

#### 【0043】

実施例 1、2 と比較例 1 との比較から、本発明の NEG コーティング容器では、（1）最高温度 185℃、6 時間のベークにより NEG が活性化して、残留ガスの排気を行うよ

10

20

30

40

50

うになるため、 $1 \times 10^{-7}$  Pa以下の真空に達するまでの時間が短くなる、(2)容器と排気系との間を真空バルブで仕切っても、NEGコーティング容器が真空排気作用を持つため、真空容器内の圧力が低下する、(3)Ti層の上にPd層を形成したNEGコーティング容器では大気圧ベント、再排気、再ベークの工程を4回繰り返してもNEG性能はそれほど低下しない、という特長を有する。また、本発明のNEGコーティング装置では、真空容器の内面に低コストでNEGコーティングを行うことができる。本発明に従って内面にNEGコーティングを施した真空容器を、粒子加速用真空装置、半導体やディスプレイ等の製造用真空装置、電子顕微鏡や光電子分光装置等の分析用真空装置に採用した場合、粒子加速あるいは製造あるいは分析に要する時間及びコストを削減でき、また、真空を維持するために真空ポンプを用いる必要がなくなり、大幅に製造コストを削減できるという利点がある。

10

## 【0044】

以下、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が1モル%以下の場合の実施例により本発明を更に詳細に説明するが、本発明は下記の実施例に何ら限定されるものではない。

## 【0045】

(実施例3)

図7に示す構成を備える真空装置を組み立てた。具体的には、下記の手順に従った。

外径165mm、内径158.4mm、長さ426mmのSUS304L製の内面を電解研磨した容器を用意し、下部の外径152mmのコンフラットフランジに、VAT社製の超高真空仕様ゲートバルブ、エドワーズ社製の300リッター/秒の排気速度を持つ磁気浮上型ターボ分子ポンプ、50リッター/秒の排気速度を持つターボ分子ポンプ、フォアライントラップ、アイソレーションバルブ、油回転ポンプ等を備える排気系を、側部の外径70mmのコンフラットフランジに、L字管を介して真空計を取り付けた。真空容器の外径70mmのコンフラットフランジに短管、4方管、外径41.0mm、内径30.2mm、長さ80mmの成形ベローズ、チタン・パラジウム蒸着源を順に接続した。真空容器、短管、4方管、成形ベローズ、チタン・パラジウム蒸着源の外周面にはヒータを均一に設置した。

20

真空装置を真空排気、ベークして、真空容器の圧力が $1.7 \times 10^{-7}$  Paに達してから、チタン蒸着源を作動して、平均Ti蒸着レート0.05nm/秒で、真空容器の内面にTiの蒸着を6時間行った。Ti蒸着中の真空容器の圧力は $2.4 \times 10^{-7}$  Paであった。Ti層は成形ベローズの内面のほぼ全面に形成され、Ti層の平均厚さは、約1μmであった。

30

Ti層におけるTiに対する酸素、炭素、窒素(O、C、N)の割合(Ti層の成分を化学式 $TiC_xO_yN_z$ であらわした時の $(X+Y+Z)$ )は、(Ti蒸着中の真空容器のC、O、Nを含む残留気体の入射レート×吸着確率)/(平均Ti蒸着レート)から見積もることができる。残留気体の圧力 $1 \times 10^{-4}$  Paがおおよそ残留気体の入射レート0.3nm/秒に対応すること、残留ガスの80%以上は水素(H<sub>2</sub>)であると推定されること、Ti表面の場合吸着確率は1程度であることから、Ti層に含まれるC、O、Nの割合は1モル%以下と推定した。

40

## 【0046】

次いで、Pd蒸着源を作動して、平均Pd蒸着レート0.007nm/秒で、真空容器の内面のTi層上にPdの蒸着を1430秒行った。Pd蒸着中の真空容器の圧力は $1.3 \times 10^{-7}$  Paであった。Pd層は容器の内面のTi層上のほぼ全面に形成され、Pd層の平均厚さは、約10nmであった。

Pd層におけるPdに対する酸素、炭素、窒素(O、C、N)の割合(Pd層の成分を化学式 $PdC_xO_yN_z$ であらわした時の $(X+Y+Z)$ )は、(Pd蒸着中の真空容器のC、O、Nを含む残留気体の入射レート×吸着確率)/(平均Pd蒸着レート)から見積もることができる。Pd蒸着中の真空容器の圧力は $1.3 \times 10^{-7}$  Paであること、残留気体の圧力 $1 \times 10^{-4}$  Paがおおよそ残留気体の吸着レート0.3nm/秒に対応

50

すること、残留ガスの80%以上は水素( $H_2$ )であると推定されること、Pd表面の場合吸着確率は0.001以下と推定されることから、Pd層に含まれるC、O、Nの割合は1モル%以下と推定した。

【0047】

(比較例2)

一方、Ti及びPdのコーティングを行う前の成形ペローズを比較例2とした。

【0048】

図8に、実施例3及び比較例2の成形ペローズの圧力の経時的な変化を測定する装置の一部を示す模式的断面図を示す。

Ti及びPdのコーティングの効果を評価するために、図8に示す構成を備える真空装置を組み立てた。具体的には、下記の手順に従った。

SUS304L製の内面を電解研磨した真空容器を用意し、上部の外径203mmのコンフラットフランジに、VAT社製の超高真空仕様ゲートバルブ、エドワーズ社製の450リッター/秒の排気速度を持つ磁気浮上型ターボ分子ポンプ、50リッター/秒の排気速度を持つターボ分子ポンプ、フォアライントラップ、アイソレーションバルブ、油回転ポンプ等を備える排気系を取り付けた。真空容器の側部の外径70mmのコンフラットフランジに超高真空仕様オールメタルゲートバルブ、成形ペローズ、0.2%ベリリウム銅合金製短管、真空計を順に接続した。真空容器、オールメタルバルブ、成形ペローズ、真空計の外周面にはヒータを均一に設置した。

成形ペローズとしては内面にTi及びPdのコーティングを行う前のもの(比較例2)と、Ti及びPdのコーティングを行った後のもの(実施例3)とを用いた。

【0049】

図9に、実施例3及び比較例2の成形ペローズにおいて真空排気及びベークを行い、 $10^{-7}$  Pa ~  $10^{-8}$  Pa程度まで圧力が下がった時点で排気系に繋がるオールメタルバルブを閉じたときの圧力の経時的な変化を示す。図中、縦軸は、真空容器内の圧力(Pa)を示し、横軸は、真空バルブを閉じてからの時刻(分)を示す。

バルブを閉じた時点をもととした。実施例3の場合には、133℃で12時間加熱した場合、真空バルブ閉後16時間にわたって、圧力が $4.6 \times 10^{-6}$  Paに保たれた。また、真空を保ったまま、さらに176℃で3.5時間加熱した場合、真空バルブ閉後13時間にわたって、圧力が $1.7 \times 10^{-7}$  Paに保たれた。また、真空を保ったまま、さらに200℃で3.5時間加熱した場合、真空バルブ閉後17時間にわたって、圧力が $6.1 \times 10^{-8}$  Paに保たれた。

実施例3に対して、比較例2の場合には、圧力が徐々に悪化し、バルブを閉じてから50分後には $5 \times 10^{-2}$  Pa程度にまで悪化した。

この結果は、容器の内面に真空蒸着したTi層及びその上に真空蒸着したPd層が、最高温度133℃、12時間のベークにより活性化して、残留ガスの排気を行っている(NEG性能を発揮している)ことを示している。一方、Ti及びPdのコーティングを行っていないSUS304L製の成形ペローズはNEG作用を示さず、オールメタルバルブを閉じた後は真空容器内に真空ポンプがないため、成形ペローズの内壁からの脱ガスにより圧力上昇が起きたと考えられる。

【0050】

実施例3と比較例2との比較から、本発明のNEGコーティング容器では、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が1モル%以下の場合には、少なくとも、最高温度133℃、12時間のベークによりNEGが活性化して、残留ガスの排気を行うようになる、という特長を有する。活性化に必要な加熱温度が133℃と低いため、許容加熱温度が低い真空装置に採用できるという利点がある。

【産業上の利用可能性】

【0051】

本発明によれば、大気圧ベント、再排気、再ベークの工程を繰り返した場合であっても、排気能力(NEG性能)の低下が生じにくいNEG及び真空装置を低コストで製造する

10

20

30

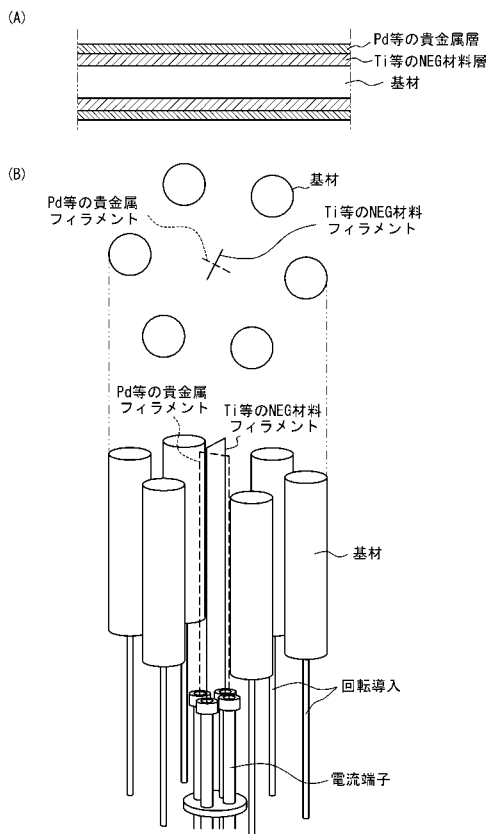
40

50

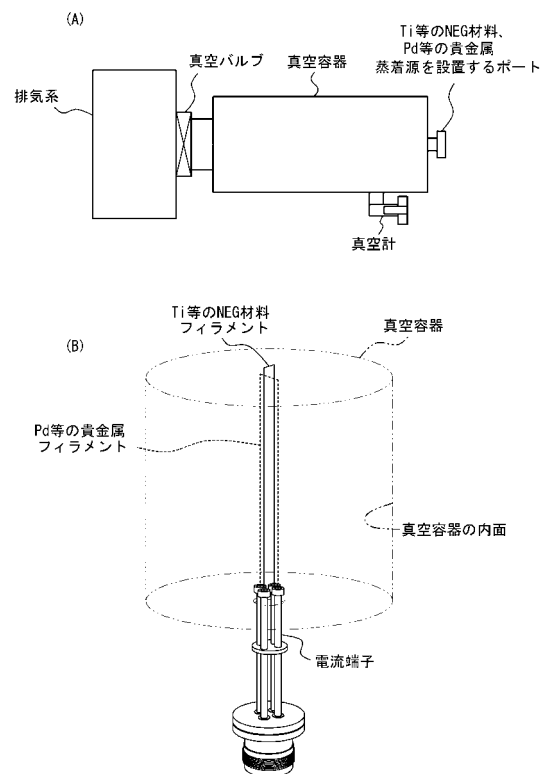
ことができる。

本発明のNEG及び真空装置は、粒子加速用真空装置、半導体やディスプレイ等の製造用真空装置、表面分析用真空装置等に好適に用いることができる。

【 図 1 】

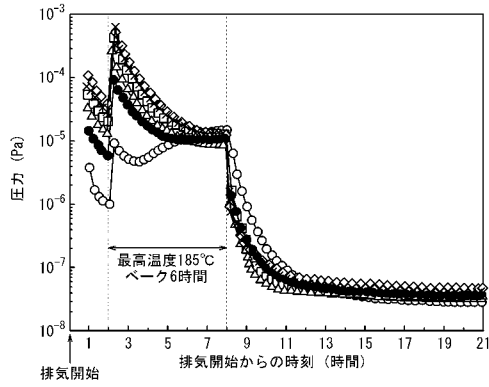


【 図 2 】



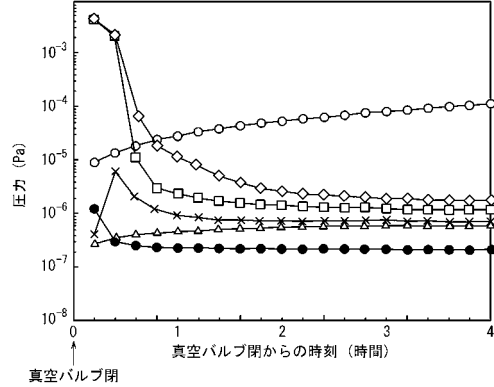
【 図 3 】

- チタンコートを行わない場合
- チタンコートを行ったあと、乾燥窒素での大気圧ベント、再排気、再ベークという工程を1回行った場合
- チタンコートに続いてパラジウムコートを行ったあと、乾燥窒素での大気圧ベント、再排気、再ベークという工程を1回行った場合
- △ チタンコートに続いてパラジウムコートを行ったあと、乾燥窒素での大気圧ベント、再排気、再ベークという工程を2回行った場合
- × チタンコートに続いてパラジウムコートを行ったあと、乾燥窒素での大気圧ベント、再排気、再ベークという工程を2回行い、乾燥窒素での大気圧ベント、再排気、再ベークという工程を1回行った場合
- ◇ チタンコートに続いてパラジウムコートを行ったあと、乾燥窒素での大気圧ベント、再排気、再ベークという工程を2回行い、乾燥窒素での大気圧ベント、再排気、再ベークという工程を2回行った場合

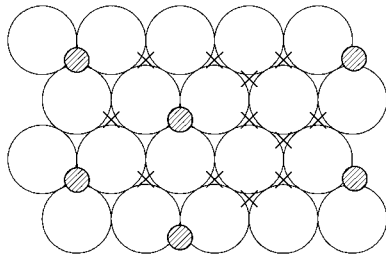


【 図 4 】

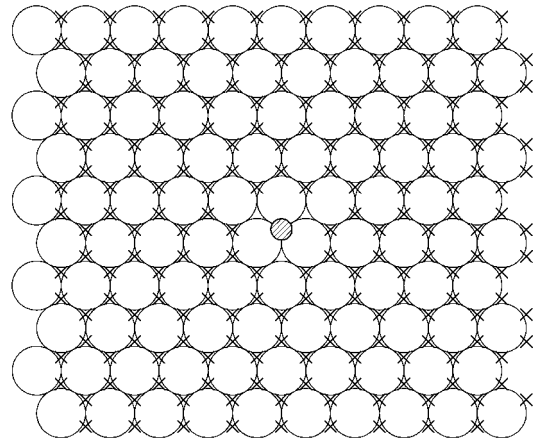
- チタンコートを行わない場合
- チタンコートを行ったあと、乾燥窒素での大気圧ベント、再排気、再ベークという工程を1回行った場合
- チタンコートに続いてパラジウムコートを行ったあと、乾燥窒素での大気圧ベント、再排気、再ベークという工程を1回行った場合
- △ チタンコートに続いてパラジウムコートを行ったあと、乾燥窒素での大気圧ベント、再排気、再ベークという工程を2回行った場合
- × チタンコートに続いてパラジウムコートを行ったあと、乾燥窒素での大気圧ベント、再排気、再ベークという工程を2回行い、乾燥窒素での大気圧ベント、再排気、再ベークという工程を1回行った場合
- ◇ チタンコートに続いてパラジウムコートを行ったあと、乾燥窒素での大気圧ベント、再排気、再ベークという工程を2回行い、乾燥窒素での大気圧ベント、再排気、再ベークという工程を2回行った場合



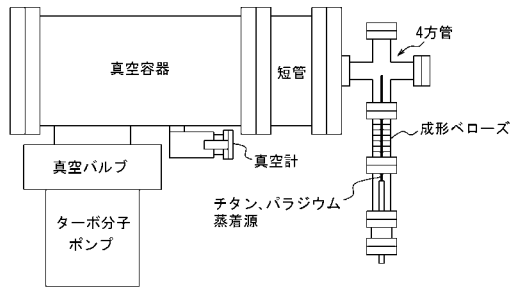
【 図 5 】



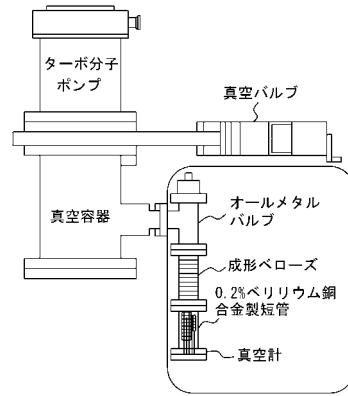
【 図 6 】



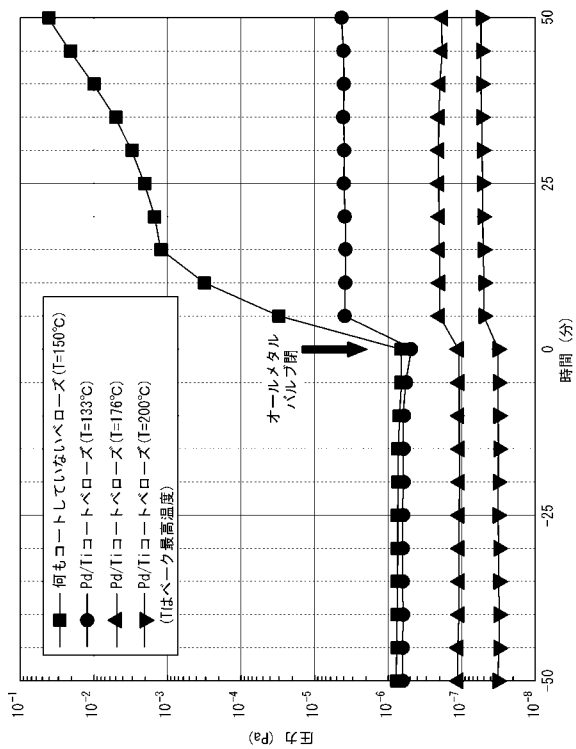
【 図 7 】



【 図 8 】



【 図 9 】





## 【手続補正書】

【提出日】平成30年5月25日(2018.5.25)

## 【手続補正1】

【補正対象書類名】特許請求の範囲

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正の内容】

【特許請求の範囲】

【請求項1】

炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が9モル%以下である非蒸発型ゲッタ材料層、及び/又は、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が12モル%以下である貴金属層を含み、低圧下での185 以下の活性化温度による加熱で残留気体を排気する性能を示すことを特徴とする、非蒸発型ゲッタコーティング部品。

【請求項2】

真空容器の内面に、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が9モル%以下である非蒸発型ゲッタ材料層、及び/又は、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が12モル%以下である貴金属層がコーティングされており、低圧下での185 以下の活性化温度による加熱で残留気体排気性能を示すことを特徴とする、非蒸発型ゲッタコーティング容器。

【請求項3】

炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が1モル%以下である非蒸発型ゲッタ材料層、及び/又は、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が1モル%以下である貴金属層を含み、低圧下での133 以下の活性化温度による加熱で残留気体を排気する性能を示すことを特徴とする、請求項1に記載の非蒸発型ゲッタコーティング部品。

【請求項4】

真空容器の内面に、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が1モル%以下である非蒸発型ゲッタ材料層、及び/又は、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が1モル%以下である貴金属層がコーティングされており、低圧下での133 以下の活性化温度による加熱で残留気体を排気する性能を示すことを特徴とする、請求項2に記載の非蒸発型ゲッタコーティング容器。

【請求項5】

低圧力下で基材に非蒸発型ゲッタ材料及び/又は貴金属を蒸着法によりコーティングすることによって、非蒸発型ゲッタ材料層及び/又は貴金属層を形成する工程を含むことを特徴とする、請求項1又は3に記載の非蒸発型ゲッタコーティング部品の製造方法。

【請求項6】

低圧力下で真空容器の内面に非蒸発型ゲッタ材料及び/又は貴金属を蒸着法によりコーティングすることによって、非蒸発型ゲッタ材料層及び/又は貴金属層を形成する工程を含むことを特徴とする、請求項2又は4に記載の非蒸発型ゲッタコーティング容器の製造方法。

【請求項7】

基材、非蒸発型ゲッタ材料フィラメント及び/又は貴金属フィラメント、電流端子を備えることを特徴とする、請求項1又は3に記載の非蒸発型ゲッタコーティング部品の製造装置。

【請求項8】

真空容器、非蒸発型ゲッタ材料フィラメント及び/又は貴金属フィラメント、電流端子を備えることを特徴とする、請求項2又は4に記載の非蒸発型ゲッタコーティング容器の製造装置。

【請求項9】

請求項1又は3に記載の非蒸発型ゲッタコーティング部品の貴金属層の触媒作用を利用して、酸素を導入して加熱することにより、表面の少なくとも炭素、窒素、酸素の汚染を除

去し、請求項 1 又は 3 に記載の非蒸発型ゲッタコーティング部品の残留気体を排気する性能を改善する方法。

【請求項 10】

請求項 2 又は 4 に記載の非蒸発型ゲッタコーティング容器の貴金属層の触媒作用を利用して、酸素を導入して加熱することにより、表面の少なくとも炭素、窒素、酸素の汚染を除去し、請求項 2 又は 4 に記載の非蒸発型ゲッタコーティング容器の残留気体を排気する性能を改善する方法。

【請求項 11】

請求項 1 又は 3 に記載の非蒸発型ゲッタコーティング部品の貴金属層の触媒作用を利用して、酸素を導入して加熱することにより、表面の少なくとも炭素、窒素、酸素の汚染を除去し、請求項 1 又は 3 に記載の非蒸発型ゲッタコーティング部品の残留気体を排気する性能を改善する装置。

【請求項 12】

請求項 2 又は 4 に記載の非蒸発型ゲッタコーティング容器の貴金属層の触媒作用を利用して、酸素を導入して加熱することにより、表面の少なくとも炭素、窒素、酸素の汚染を除去し、請求項 2 又は 4 に記載の非蒸発型ゲッタコーティング容器の残留気体を排気する性能を改善する装置。

【手続補正 2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0003

【補正方法】変更

【補正の内容】

【0003】

は 200 以上) (非特許文献 2 参照) 等という問題があった。

【0007】

そこで、本発明は、排気能力 (NEG 性能) の低下が生じにくく、より内径が小さい容器にも適用できて、NEG 活性化温度がより低い、NEG コーティング部品及び容器、並びに該部品及び容器の製造方法及び製造装置を低コストで製造することを目的とする。

[課題を解決するための手段]

【0008】

本発明の要旨は以下の通りである。

本発明の NEG コーティング部品は、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が 9 モル % 以下である非蒸発型ゲッタ材料層、及び / 又は、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が 12 モル % 以下である貴金属層を含み、低圧下での 185 以下の活性化温度による加熱で残留気体を排気する性能を示すことを特徴とする。

また、本発明の NEG コーティング容器は、真空容器の内面に、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が 9 モル % 以下である非蒸発型ゲッタ材料層、及び / 又は、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が 12 モル % 以下である貴金属層がコーティングされており、低圧下での 185 以下の活性化温度による加熱で残留気体排気性能を示すことを特徴とする。

本発明の NEG コーティング部品は、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が 1 モル % 以下である非蒸発型ゲッタ材料層、及び / 又は、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が 1 モル % 以下である貴金属層を含み、低圧下での 133 以下の活性化温度による加熱で残留気体を排気する性能を示すことを特徴とする。

本発明の NEG コーティング容器は、真空容器の内面に、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が 1 モル % 以下である非蒸発型ゲッタ材料層、及び / 又は、炭素原子、窒素原子、酸素原子の吸蔵量の合計が 1 モル % 以下である貴金属層がコーティングされており、低圧下での 133 以下の活性化温度による加熱で残留気体を排気する性能を示すことを特徴とする。

本発明の NEG コーティング部品の製造方法は、低圧力下で基材に NEG 材料及び / 又

は貴金属を蒸着法によりコーティングすることによって、NEG材料層及び/又は貴金属層を形成する工程を含むことを特徴とする。

また、本発明のNEGコーティング容器の製造方法は、低圧力下で真空容器の内面にNEG材料及び/又は貴金属を蒸着法によりコーティングすることによって、NEG材料層及び/又は貴金属層を形成する工程を含むことを特徴とする。

本発明のNEGコーティング部品の製造装置は、基材、NEG材料フィラメント及び/又は貴金属フィラメント、電流端子を備えることを特徴とする。

また、本発明のNEGコーティング容器の製造装置は、真空容器、NEG材料フィラメント及び/又は貴金属フィラメント、電流端子を備えることを特徴とする。

本発明の方法は、本発明のNEGコーティング部品の貴金属層の触媒作用を利用して、酸素を導入して加熱することにより、表面の少なくとも炭素、窒素、酸素の汚染を除去し、本発明のNEGコーティング部品の残留気体を排気する性能を改善することを特徴とする。

本発明の方法は、本発明のNEGコーティング容器の貴金属層の触媒作用を利用して、酸素を導入して加熱することにより、表面の少なくとも炭素、窒素、酸素の汚染を除去し、本発明のNEGコーティング容器の残留気体を排気する性能を改善することを特徴とする。

本発明の装置は、本発明のNEGコーティング部品の貴金属層の触媒作用を利用して、酸素を導入して加熱することにより、表面の少なくとも炭素、窒素、酸素の汚染を除去し、本発明のNEGコーティング部品の残留気体を排気する性能を改善することを特徴とする。

本発明の装置は、本発明のNEGコーティング容器の貴金属層の触媒作用を利用して、酸素を導入して加熱することにより、表面の少なくとも炭素、窒素、酸素の汚染を除去し、本発明のNEGコーティング容器の残留気体を排気する性能を改善することを特徴とする。

## 【 国際調査報告 】

INTERNATIONAL SEARCH REPORT		International application No. PCT/JP2017/042682
<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> Int. Cl. F04B37/04(2006.01) i, F04B37/02(2006.01) i  According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) Int. Cl. F04B37/04, F04B37/02  Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched Published examined utility model applications of Japan 1922-1996 Published unexamined utility model applications of Japan 1971-2018 Registered utility model specifications of Japan 1996-2018 Published registered utility model applications of Japan 1994-2018  Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X Y	JP 2008-532756 A (COMMITOSALIA TALENGY ATOMIQUE) 21 August 2008, paragraphs [0025]-[0027], [0035]-[0037], fig. 1 & JP 4889722 B2 & US 2008/0213539 A1, paragraphs [0032]-[0034], [0042]-[0044], fig. 1 & WO 2006/097652 A1 & FR 2883099 A1	1-4 5-6
X Y	JP 2001-503830 A (ORGANIZATION EURO PEANE POOL LA ROCHELLEU NUCLEUR) 21 March 2001, page 7, line 25 to page 8, line 17 & US 6468043 B1, column 4, lines 18-51 & WO1997/049109 A1 & FR 2750248 A1	1-4 5-6
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of Box C. <input type="checkbox"/> See patent family annex.		
* Special categories of cited documents: "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier application or patent but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search		Date of mailing of the international search report
Name and mailing address of the ISA/ Japan Patent Office 3-4-3, Kasumigaseki, Chiyoda-ku, Tokyo 100-8915, Japan		Authorized officer  Telephone No.

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International application No.

PCT/JP2017/042682

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	CD-ROM of the specification and drawings annexed to the request of Japanese Utility Model Application No. 93656/1991 (Laid-open No. 36078/1993) (SUKEGAWA ELECTRIC CO., LTD.) 18 May 1993, paragraph [0003] (Family: none)	5-6

国際調査報告		国際出願番号 PCT/J P 2 0 1 7 / 0 4 2 6 8 2	
A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. F04B37/04(2006,01)i, F04B37/02(2006,01)i			
B. 調査を行った分野 調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC)) Int.Cl. F04B37/04, F04B37/02			
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの 日本国実用新案公報 1922-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2018年 日本国実用新案登録公報 1996-2018年 日本国登録実用新案公報 1994-2018年			
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)			
C. 関連すると認められる文献			
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号	
X Y	JP 2008-532756 A (コミツサリア タ レネルギー アトミック) 2008.08.21, 段落 [0025] - [0027] [0035] - [0037], 図 1 & JP 4889722 B2 & US 2008/0213539 A1, 段落 [0032] - [0034] [0042] - [0044], 図 1 & WO 2006/097652 A1 & FR 2883099 A1	1-4 5-6	
X Y	JP 2001-503830 A (オルガニゼーション ユーロペーヌ プール ラ ルシエルシュ ニュークレール) 2001.03.21, 公報第 7 ページ第 25 行-第 8 ページ第 17 行 & US 6468043 B1, 第 4 欄第 18-51 行 & WO 1997/049109 A1 & FR 2750248 A1	1-4 5-6	
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。			
* 引用文献のカテゴリー		の日の後に公表された文献	
「A」特に関連のある文献ではなく、一般的な技術水準を示すもの		「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの	
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの		「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの	
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)		「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の 1 以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの	
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献		「&」同一パテントファミリー文献	
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願			
国際調査を完了した日 19.02.2018		国際調査報告の発送日 27.02.2018	
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/J P) 郵便番号 100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目 4 番 3 号		特許庁審査官 (権限のある職員) 田谷 宗隆	30 3518
		電話番号 03-3581-1101 内線 3358	

国際調査報告		国際出願番号 PCT/J P 2 0 1 7 / 0 4 2 6 8 2
C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
Y	日本国実用新案登録出願 3-93656 号(日本国実用新案登録出願公開 5-36078 号)の願書に添付した明細書及び図面の内容を記録した CD-ROM (助川電気工業株式会社) 1993.05.18, 段落 [0003] (ファミリーなし)	5 - 6

## フロントページの続き

(51) Int.Cl.	F I			テーマコード(参考)
<b>C 2 3 C 14/26 (2006.01)</b>	B 0 1 D	53/04	2 2 0	
<b>C 2 3 C 14/24 (2006.01)</b>	C 2 3 C	14/26		A
<b>C 2 3 C 14/54 (2006.01)</b>	C 2 3 C	14/24		T
	C 2 3 C	14/54		B

(81) 指定国・地域 AP(BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), EA(AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), EP(AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OA(BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG), AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT

## (72) 発明者 菊地 貴司

茨城県つくば市大穂1番地1 大学共同利用機関法人高エネルギー加速器研究機構内

Fターム(参考) 3H076 AA24 BB21 BB38 CC46 CC55

4D012 BA01 CA20 CB06 CB20 CD05 CE03 CF08 CF10 CG03 CH10

4K029 AA02 BA17 BA22 BB02 CA01 DA01 DA02 DB03 DB09 DB14

DB18 JA02

(注) この公表は、国際事務局(WIPO)により国際公開された公報を基に作成したものである。なおこの公表に係る日本語特許出願(日本語実用新案登録出願)の国際公開の効果は、特許法第184条の10第1項(実用新案法第48条の13第2項)により生ずるものであり、本掲載とは関係ありません。